

**SURFACE ANALYZER**

Patent Number: JP8094646

Publication date: 1996-04-12

Inventor(s): KOBAYASHI MASATO

*This material may be protected by  
copyright law (Title 17 U.S. Code)*

Applicant(s): SHIMADZU CORP

Requested Patent: ☐ JP8094646

Application Number: JP19940254268 19940922

Priority Number(s):

IPC Classification: G01N37/00; G01N27/62; G01N27/64; H01J37/28; H01J49/10

EC Classification:

Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PURPOSE:** To obtain a surface analyzer by which a very small region can be analyzed to the same extent as a scanning tunneling microscope (STM) by a method wherein a prescribed voltage is applied to a part to be analyzed, the part is irradiated with a laser beam and generated ions are mass-analyzed.

**CONSTITUTION:** A laser-beam generation part 7 which shines a laser beam 18 at a sample chamber 124 is installed at the side face of a vacuum chamber 11. In addition, an ion extraction hole 126 is made in another sidewall of the sample chamber 124, and an ion extraction electrode 13 is fixed to it. Then, a part whose analysis is required is designated on the basis of an image on the surface of a sample which has been measured with an STM, a probe 121 is moved to the part and the probe 121 is brought close to a sample 122 until a tunnel current flows across them. Then, the inside of the sample chamber 124 is irradiated with the laser beam 18, and a voltage which is higher than an observation voltage is applied across the probe 121 and the sample 122. Thereby, atoms in a very shallow layer on the surface of the sample 122 are volatilized so as to be changed into ions. The ions 19 are mass-analyzed by a mass-analytical part 15 or the like.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-94646

(43) 公開日 平成8年(1996)4月12日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 1 N 37/00	B			
27/62	G			
27/64	B			
H 0 1 J 37/28	Z			
49/10				

審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平6-254268

(22) 出願日 平成6年(1994)9月22日

(71) 出願人 000001993

株式会社島津製作所

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

(72) 発明者 小林 正人

京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会

社島津製作所三条工場内

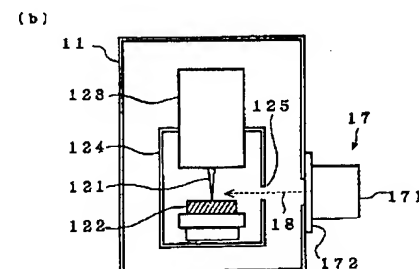
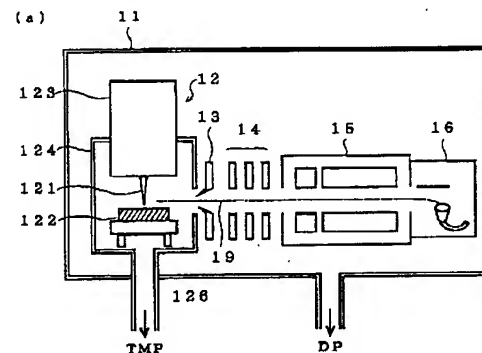
(74) 代理人 弁理士 小林 良平

(54) 【発明の名称】 表面分析装置

(57) 【要約】

【目的】 走査型トンネル顕微鏡 (S T M) による観察と同程度のレベルのオーダーの微小領域の分析を可能にする。

【構成】 試料とプローブとの間に観察電圧よりも高い原子化電圧を印加して、試料の表面を原子化させ、それにレーザー光を照射することにより試料原子をイオン化する。このイオンを抽出電極で引き出して、質量分析を行なう。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 a)先端を尖鋭にしたプローブと、

b)プローブを試料の表面に対して移動可能に保持するプローブ移動手段と、

c)試料及びプローブを囲い、一方の側面にレーザー光導入口、別の一方の側面にイオン放出口を備えた試料容器と、

d)試料容器のレーザー光導入口を通してプローブの先端付近にレーザー光を照射するレーザー光照射手段と、

e)試料容器のイオン放出口より試料容器内のイオンを抽出するイオン抽出手段と、

f)イオン抽出手段により抽出されたイオンの質量分析を行なう質量分析手段と、

g)プローブと試料の表面との間に第 1 の所定電圧を印加しつつ、プローブと導電性の試料表面との間を流れるトンネル電流が一定の値となるようにプローブ移動手段を制御するとともに、第 1 の所定電圧よりも高い第 2 の所定電圧を印加することにより試料の表面を原子化する制御部と、を備えることを特徴とする表面分析装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、導電性（半導体を含む）の試料のごく表面（nmオーダー）の分析を行なう表面分析装置に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、走査型トンネル顕微鏡（Scanning Tunneling Microscope=STM）が開発され、物質表面の凹凸を原子レベルのオーダーで観察することができるようになった。STMの原理は次の通りである。導電性の試料と先端を尖鋭にした金属プローブとの間に所定の電位（通常、0.1～2V程度）を印加して、両者間にトンネル電流が流れるまで両者を近づける。このときのプローブ先端と試料表面との間の距離は、通常数オングストローム程度である。このトンネル電流が一定となるようにプローブと試料との間の距離を制御しつつ、プローブを試料の表面に沿って 2 次元走査することにより、試料表面の 3 次元形状を測定することができる。

【0003】プローブと試料との間に印加する電圧を上記観察時の電圧よりも高くして試料の表面の原子を除去することにより、試料表面に微細な加工を行なう方法も既に開発されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】試料の表面の凹凸をこのように高倍率で観察することにより、試料に関する多くの情報が得られるが、観察により得られた表面の凹凸像において特異な箇所等が発見された場合、凹凸像のみではそれ以上の解析は不可能である。

【0005】本発明はこのような課題を解決するために成されたものであり、その目的とするところは、STM による観察と同程度のレベルのオーダーの微小な領域を

分析することのできる表面分析装置を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために成された本発明に係る表面分析装置は、

a)先端を尖鋭にしたプローブと、

b)プローブを試料の表面に対して移動可能に保持するプローブ移動手段と、

c)試料及びプローブを囲い、一方の側面にレーザー光導入口、別の一方の側面にイオン放出口を備えた試料容器と、

d)試料容器のレーザー光導入口を通してプローブの先端付近にレーザー光を照射するレーザー光照射手段と、

e)試料容器のイオン放出口より試料容器内のイオンを抽出するイオン抽出手段と、

f)イオン抽出手段により抽出されたイオンの質量分析を行なう質量分析手段と、

g)プローブと試料の表面との間に第 1 の所定電圧を印加しつつ、プローブと導電性の試料表面との間を流れるトンネル電流が一定の値となるようにプローブ移動手段を制御するとともに、第 1 の所定電圧よりも高い第 2 の所定電圧を印加することにより試料の表面を原子化する制御部と、を備えることを特徴としている。

【0007】

【作用】制御部は最初にプローブと試料の表面との間に第 1 の所定電圧（通常の STM における観察電圧）を印加しつつ、プローブと試料表面との間を流れるトンネル電流が一定の値となるように、プローブ移動手段によりプローブと試料表面との間の距離を調節し、また、プローブを試料に対して 2 次元走査させる。なお、もちろん、プローブを固定して試料を移動させてもよいし、両者を共に移動させてもよい。これにより試料表面の凹凸像が測定される。次に制御部は、外部（操作者や自動分析装置の制御部等）から指示された箇所にプローブを移動させ、そこでプローブと試料との間に第 2 の所定電圧を印加する。第 2 の所定電圧は第 1 の所定電圧よりも高いため、試料表面の原子は試料から離れる。試料表面から離れた原子は、レーザー光照射手段からのレーザー光で照射されることによりイオン化する。このイオンはイオン抽出手段により試料容器から引き出され、質量分析手段により質量分析が行なわれる。これにより、観察された試料の表面の所望の箇所の分析を行なうことができる。

【0008】

【実施例】本発明の一実施例である表面分析装置を図 1～図 4 により説明する。本実施例の表面分析装置は図 1（a）に示すように、全体を囲う真空室 11 の内部に試料部 12、抽出電極 13、イオンレンズ 14、質量分析部 15 及びイオン検出部 16 の各装置が配置され、また、側面にレーザー光生成部 17 が装着されて成る。測

3

定時、真空室11は拡散ポンプ(DP)やターボ分子ポンプ(TMP)、イオンポンプ(IP)等により $10^{-9}$ ~ $10^{-10}$ Torr程度の超高真空中に保持される。なお、図1(a)ではTMP及びDPを例示したが、ポンプの種類はこれらに限定されるものではなく、いかなる組み合わせで用いてもかまわない。

【0009】試料部12には、プローブ121と試料122を囲う試料室124が設けられている。試料室124内は図1に示すように別個の排気系で排気を行なうようにしてもよいが、それを設けずに真空室11と同じ真  
10 空度(上記超高真空)としてもよい。プローブ121は金属(タングステンW、白金イリジウムPtIr等)製の針の先端を電界研磨等で尖鋭にしたものであり、プローブ駆動部123の下部に取り付けられる。プローブ駆動部123は図2に示すように、プローブ121を保持するプローブホルダ27と、プローブホルダ27をX、Y、Zの各方向に駆動する圧電素子製の駆動体24、25、26から成る。X、Y方向の駆動体24、25はX-Y走査回路22から電圧を印加されることにより伸縮  
20 して、プローブ121を試料122の表面に平行に移動させる。Z方向の駆動体26はZ駆動回路23から電圧を印加されることにより伸縮して、プローブ121を試料122の表面に対して垂直に移動させる。導電性のプローブホルダ27と試料122を載置する試料台との間には直流電圧印加回路32及び電流検出回路31が設けられる。これらX-Y走査回路22、Z駆動回路23、直流電圧印加回路32及び電流検出回路31はいずれも  
30 プローブ制御部21に接続される。なお、試料室124内には、試料台を大きく移動させるための試料移動機構が備えられているが、図示を省略している。

【0010】図1(b)に示すように、真空室11の側面に設けられたレーザー光生成部17は、窒素(N<sub>2</sub>)レーザーを内蔵するレーザー室171と、生成されたレーザー光18を透過させるガラス又は石英製の窓172から成る。このレーザー光生成部17の窓172に対向する試料室124の側壁には、レーザー光18を通過させるためのレーザー光孔125が設けられている。なお、このレーザー光孔125にも、レーザー光18を透過するガラスや石英等の窓を固定してもよい。

【0011】試料室124の他方の側壁にはイオン抽出  
40 孔126が設けられている。上記イオン抽出電極13はこのイオン抽出孔126に固定されており、試料室124内のイオンを電氣的にイオンレンズ14の方に引き出す。イオンレンズ14、質量分析部15及びイオン検出部16は従来の質量分析装置で用いられているものと同じものを用いることができる。図1(a)では四重極型質量分析装置を示しているが、飛行時間型等、その他の質量分析装置を使用することも可能である。

【0012】図3に示すように、試料部12、レーザー  
50 光生成部17、抽出電極13、イオンレンズ14、質量

4

分析部15、イオン検出部16の各部はそれぞれに設けられた制御部21、ドライバ(DR)41~44及びアンプ45を介して分析制御部46に接続されている。分析制御部46はコンピュータにより構成されており、これには、データ出力用のディスプレイ47及び指示入力用のマウス48等が接続されている。

【0013】本実施例の表面分析装置により試料122の表面の分析を行なう際の手順及び装置の動作を図4のフローチャートにより説明する。まず、分析制御部46がプローブ制御部21を介して直流電圧印加回路32を  
10 制御することにより、試料122とプローブ121との間に所定の観察電圧(通常、0.1~2V程度)を印加する(ステップS1)。そして、試料台をZ方向に移動させることにより試料122をプローブ121先端に近づけ、トンネル電流が流れ始めた時点で試料台を停止する。トンネル電流の検出は、電流検出回路31により行なう。次に、X-Y走査回路22によりプローブ121  
20 を試料122に対して2次元走査し、その間、トンネル電流の値が一定となるように、Z駆動回路23によりプローブ121を上下させる(ステップS2)。これにより、プローブ121の先端は試料122表面との間に所定の間隔sを保持したまま、試料122の表面の凹凸に沿って移動する。この間のX-Y走査回路22及びZ駆動回路23の駆動電圧の変化を3次元表示することにより、図3に示すような試料表面の凹凸像が得られる(ステップS3)。

【0014】操作者は、ディスプレイ47上の試料表面の凹凸像を見て、分析したい箇所(図3の×印)をマウス48等の入力機器で分析制御部46に指示する(ステップS4)。分析制御部46は、X-Y走査回路22により  
30 プローブ121を指示された箇所に移動し、プローブ121と試料122との間にトンネル電流が流れるまで両者を近づける(ステップS5)。そして、レーザー光生成部17から試料室124内へレーザー光18を照射させるとともに、直流電圧印加回路32によりプローブ121と試料122との間に上記観察電圧よりも高い電圧(通常、5~10V程度)を印加する(ステップS6)。これにより試料122の表面の非常に浅い層(数原子層)の原子のみが試料122の表面を離れ、揮発する。

【0015】揮発した原子はレーザー光18によりイオン化され、抽出電極13により試料室124から引き出される。引き出されたイオン19は、従来の質量分析装置と同様、イオンレンズ14により質量分析部15のイオン入射口に集束され、質量分析部15及びイオン検出部16において質量分析される(ステップS7)。質量分析の結果もディスプレイ47上に表示される(ステップS8)。

【0016】

【発明の効果】従来のEPMA(Electron Probe Micro

5

Analyzer)、ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis)、AES (Auger Electron Spectroscopy) 等の分析装置では、分析したい箇所に電子ビームを照射することにより分析を行なうものであったため、分析領域が微小であるといってもその範囲は $\mu\text{m}$ のオーダーであった。しかし、本発明に係る表面分析装置では、鋭いプローブにより試料表面のごく微小な領域のみを原子化し、質量分析を行なうため、nmオーダーの領域の分析を行なうことができる。また、本発明に係る表面分析装置では、まず通常のSTMと同じ方法により試料

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の一実施例である表面分析装置の構成を示す縦断面図(a)及び試料部の横断面図(b)。

【図2】 試料部の概略構成図。

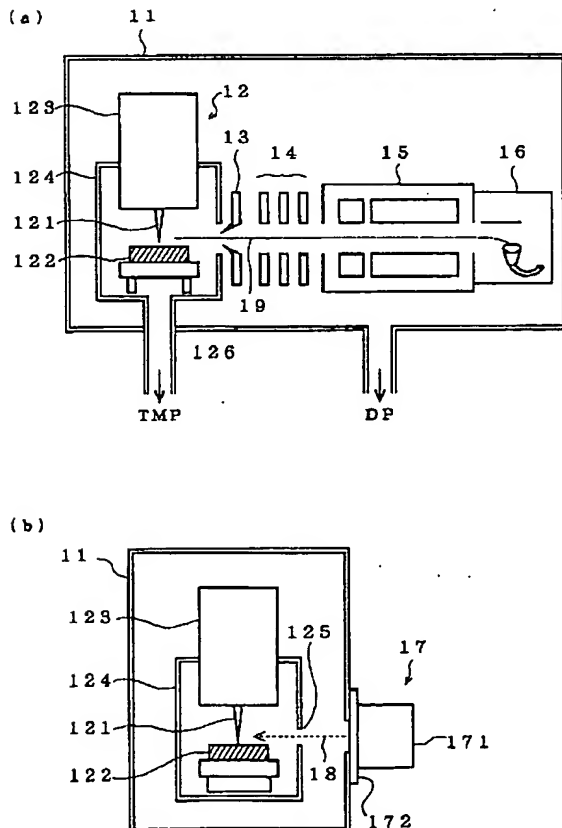
【図3】 実施例の表面分析装置の電気的構成を示すブロック図。

【図4】 実施例の表面分析装置による表面分析の手順を示すフローチャート。

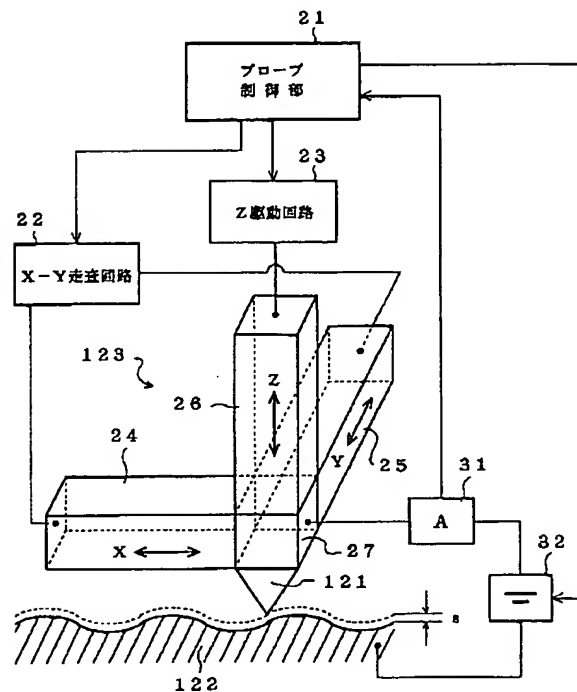
【符号の説明】

- 11…真空室
- 12…試料部
- 121…プローブ
- 122…試料
- 123…プローブ駆動部
- 124…試料室
- 125…レーザー光孔
- 126…イオン抽出孔
- 13…イオン抽出電極
- 14…イオンレンズ
- 15…質量分析部
- 16…イオン検出部
- 17…レーザー光生成部
- 18…レーザー光
- 19…イオン
- 21…プローブ制御部
- 31…電流検出回路
- 32…直流電圧印加回路
- 46…分析制御部

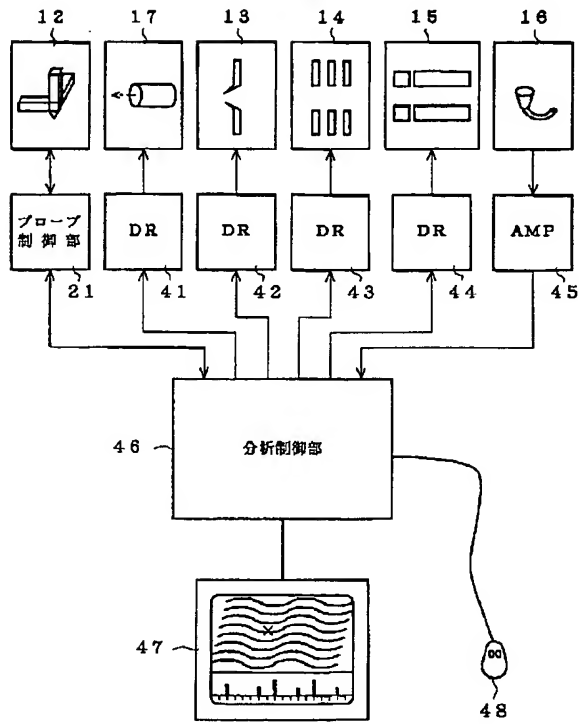
【図1】



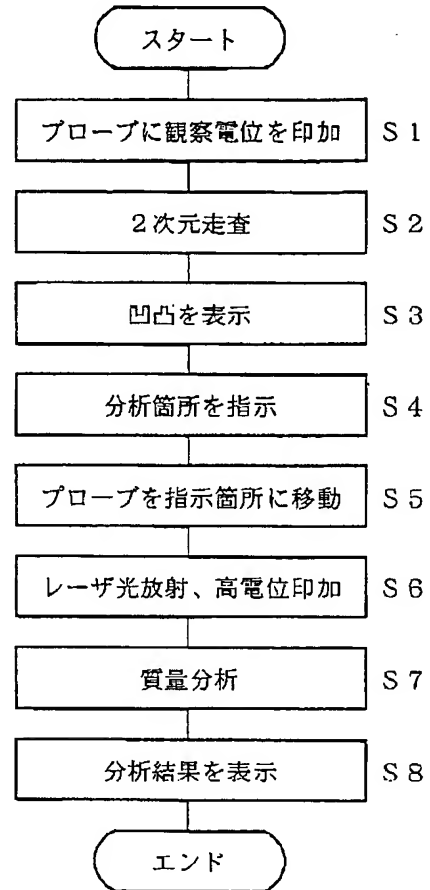
【図2】



【図3】



【図4】



# Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 08094646  
PUBLICATION DATE : 12-04-96

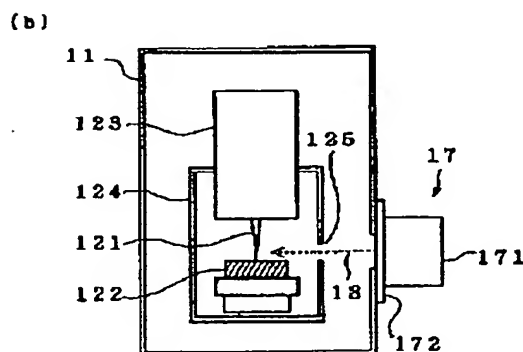
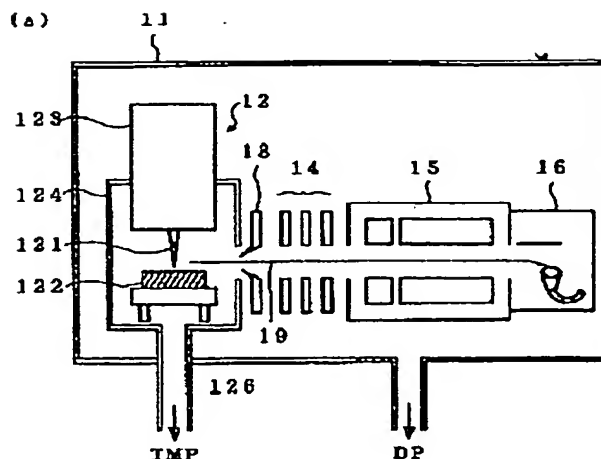
APPLICATION DATE : 22-09-94  
APPLICATION NUMBER : 06254268

APPLICANT : SHIMADZU CORP;

INVENTOR : KOBAYASHI MASATO;

INT.CL. : G01N 37/00 G01N 27/62 G01N 27/64  
H01J 37/28 H01J 49/10

TITLE : SURFACE ANALYZER



ABSTRACT : PURPOSE: To obtain a surface analyzer by which a very small region can be analyzed to the same extent as a scanning tunneling microscope(STM) by a method wherein a prescribed voltage is applied to a part to be analyzed, the part is irradiated with a laser beam and generated ions are mass-analyzed.

CONSTITUTION: A laser-beam generation part 7 which shines a laser beam 18 at a sample chamber 124 is installed at the side face of a vacuum chamber 11. In addition, an ion extraction hole 126 is made in another sidewall of the sample chamber 124, and an ion extraction electrode 13 is fixed to it. Then, a part whose analysis is required is designated on the basis of an image on the surface of a sample which has been measured with an STM, a probe 121 is moved to the part and the probe 121 is brought close to a sample 122 until a tunnel current flows across them. Then, the inside of the sample chamber 124 is irradiated with the laser beam 18, and a voltage which is higher than an observation voltage is applied across the probe 121 and the sample 122. Thereby, atoms in a very shallow layer on the surface of the sample 122 are volatilized so as to be changed into ions. The ions 19 are mass-analyzed by a mass-analytical part 15 or the like.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**